

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **04-129622**

(43)Date of publication of application : **30.04.1992**

(51)Int.Cl.

**B23P 15/28**

**B23B 27/14**

**C23C 16/26**

(21)Application number : **02-247459**

(71)Applicant : **FUJITSU LTD**

(22)Date of filing : **19.09.1990**

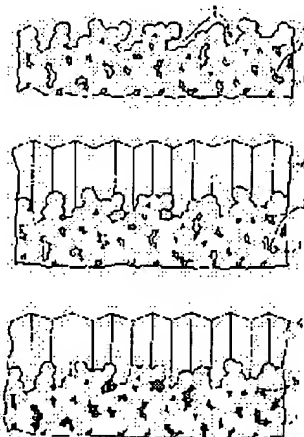
(72)Inventor : **KURIHARA KAZUAKI  
KAWARADA MOTONOBU**

## (54) MANUFACTURE OF DIAMOND-COATED TOOL

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a high adhesion gas phase synthetic diamond film by forming a diamond film on a tool base sheet of a porous sintered substance by a gas phase synthesizing method and impregnating the base sheet with a molten metal from a surface not covered with the diamond film.

CONSTITUTION: A diamond film 4 is formed on a tool base sheet 1 of a porous sintered substance, having an uneven surface due to pores, by a gas phase synthesizing method, and the base sheet 1 is impregnated with a molten metal 5 from a surface not covered with the diamond film 4. The tool base sheet 1 is of ceramic, a metal, or a sintered substance of a composite material of them, and the molten metal consists mainly of copper, cobalt, or nickel. The diamond film covered by this gas phase synthesizing method has an adhesion strength of 100kg/cm<sup>2</sup>, and achieves sharp improvement of adhesion. Further, a tool covered with the diamond film provides characteristics similar to those of a sintered diamond at a sharply lower cost compared with a tool employing a sintered diamond.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C), 1998,2003 Japan Patent Office

## ⑫ 公開特許公報(A) 平4-129622

⑮ Int. Cl.<sup>5</sup>B 23 P 15/28  
B 23 B 27/14  
C 23 C 16/26

識別記号

A 8709-3C  
A 7632-3C  
8722-4K

庁内整理番号

⑬ 公開 平成4年(1992)4月30日

審査請求 未請求 請求項の数 8 (全6頁)

⑭ 発明の名称 ダイヤモンド・コーティング工具の製造方法

⑯ 特 願 平2-247459

⑰ 出 願 平2(1990)9月19日

⑱ 発 明 者 栗 原 和 明 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社  
内⑲ 発 明 者 河 原 田 元 信 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社  
内

⑳ 出 願 人 富士通株式会社 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

㉑ 代 理 人 弁理士 青 木 朗 外4名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

ダイヤモンド・コーティング工具の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

1. 気孔による凹凸表面を有する多孔質焼結体の工具基板(1)の上に、気相合成法によってダイヤモンド膜(4)を形成し、そして、前記基板(1)に熔融金属(5)を前記ダイヤモンド膜(4)の被覆されていない表面から含浸させることを特徴とするダイヤモンド・コーティング工具の製造方法。

2. 前記工具基板(1)がセラミックス、サーメット、金属、または、これらの複合材料の焼結体であることを特徴とする請求項1記載の製造方法。

3. 前記熔融金属が銅、コバルトまたはニッケルを主成分とすることを特徴とする請求項1記載の製造方法。

4. 上記熔融金属の含浸を減圧下で行なうことを特徴とする請求項1記載の製造方法。

5. 上記含浸を熔融金属浴に基板を入れ静水圧をかけて行なうことを特徴とする請求項1記載の製造方法。

6. 凹凸表面を有する工具基板(11)にダイヤモンド粒子(13)をぶつけて該工具基板(11)の表面に傷を付けかつくぼみ内に該ダイヤモンド粒子(13)を入れ込ませ、これら傷およびダイヤモンド粒子を成長核として気相合成法によってダイヤモンド膜(14)を前記工具基板(11)上に形成することを特徴とするダイヤモンド・コーティング工具の製造方法。

7. 前記ダイヤモンド粒子(13)はその粒径が0.1～100 $\mu$ mであることを特徴とする請求項6記載の製造方法。

8. 前記基板の凹凸のスケールが100 $\mu$ m以下である請求項6記載の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

〔概 要〕

ダイヤモンド膜を気相合成法で工具基板上に形成したダイヤモンド・コーティング工具の製造方

法に関し、

高い密着力の気相合成ダイヤモンド膜を被覆したダイヤモンド・コーティング工具の製造方法を提供することを目的とし、

気孔による凹凸表面を有する多孔質焼結体の工具基板の上に、気相合成法によってダイヤモンド膜を形成し、そして、前記基板に熔融金属を前記ダイヤモンド膜の被覆されていない表面から含浸させるように構成する。

#### 〔産業上の利用分野〕

本発明は、ダイヤモンド膜を気相合成法で工具基板上に形成したダイヤモンド・コーティング工具の製造方法に関する。

#### 〔従来の技術〕

ダイヤモンドはビッカース硬度 10000 と地球上で最も硬い材料であり、耐磨耗性、化学的安定性にも優れている。このような優れた性質のため、ダイヤモンドは切削工具などの工具として最高の

材料であり、現在のハイテク産業には必要不可欠な存在である。従来のダイヤモンド工具は天然または高圧合成の単結晶または焼結体ダイヤモンドを用いているが、極めて高価でありかつ大きな形状の工具ができないなどの欠点があった。

TiC, TiN, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>などの薄膜を単層または多層として超硬合金や高速度鋼の表面に被覆したコーティング工具が開発され市販されており、これらコーティング膜の代わりにダイヤモンド膜を形成することが研究開発されている（例えば、奥住、松田、見義：“超硬合金上へのダイヤモンドの気相合成”、粉体および粉末冶金、第35巻、第3号、pp.114-117、1988年4月、参照）。また、ダイヤモンド膜を形成することについては、例えば、加茂睦和：“ダイヤモンドの気相合成”、日本金属学会会報、第28巻、第6号（1989）、pp.483-492 に解説されている。

#### 〔発明が解決しようとする課題〕

工具を気相合成法によるダイヤモンド膜で被覆

する際に、ダイヤモンドの熱膨張係数と工具や加熱治具の基板の熱膨張係数とが大きく異なること、さらにダイヤモンドの成膜温度（合成温度）が1000℃前後と非常に高温であることの理由でダイヤモンド膜と基板との間に大きな熱応力が発生して、容易に膜が剝離してしまう。即ち、気相合成ダイヤモンドを用いた工具が開発されているが、この気相合成ダイヤモンド膜は密着力は極めて小さいという問題点がある。そこで、炭化物等の中間層をダイヤモンド膜の下に設けて化学的に密着力を上げようとの試みがあるが成功していない。

本発明の目的は、高い密着力の気相合成ダイヤモンド膜を被覆したダイヤモンド・コーティング工具の製造方法を提供することである。

#### 〔課題を解決するための手段〕

上述の目的が、下記2つのやり方で達成でき、第1のやり方は、気孔による凹凸表面を有する多孔質焼結体の工具基板の上に、気相合成法によってダイヤモンド膜を形成し、そして、前記基板に

熔融金属を前記ダイヤモンド膜の被覆されていない表面から含浸させることを特徴とするダイヤモンド・コーティング工具の製造方法であり、そして第2のやり方は、凹凸表面を有する工具基板にダイヤモンド粒子をぶつけて該工具基板の表面に傷を付けかつくばみ内に該ダイヤモンド粒子を入れ込ませ、これら傷およびダイヤモンド粒子を成長核として気相合成法によってダイヤモンド膜を前記工具基板上に形成することを特徴とするダイヤモンド・コーティング工具の製造方法である。

#### 〔作 用〕

気相合成ダイヤモンド膜の下地工具基体への密着力を高めるために、本願発明では、凹凸表面の工具基体を用いて、その凹凸を利用したアンカー効果を出してダイヤモンド膜を工具基体によりしっかりとつなぎ止めることができる。

このようなアンカー効果を上げるためには基板の凹凸が激しいほど適しているわけであり、本発明の第1実施態様では、多孔質の焼結体工具基板

(セラミックス、サメット、金属、または、これらの複合材料の基板)を用いて、多孔質体表面のくぼみ内にもダイヤモンドが堆積され、これがくさびの役割を果たして高い密着力が得られる。他方、多孔質のままでは強度、靱性が低いので、焼結体の気孔中へ金属 (Cu、Co または Ni を主成分とした金属) を減圧下あるいは静水圧加圧で含浸させて気孔 (空隙) をなくし、機械的強度を高めることができる。

また、工具基体表面の凹凸が激しすぎたり、ダイヤモンド成長時の核発密度が小さかったりすると、凹部にダイヤモンドが成長せず、そこが隙間となってしまう十分なアンカー効果が得られない場合がある。そこで、本発明の第 2 実施態様では、でこぼこな下地基板の表面にダイヤモンド粒子を押し付け (ぶつけ) て基板表面にダイヤモンド成長の核発生サイトとなる微細な傷を無数に作るとともに、基板表面のくぼみにダイヤモンド粒子を入り込ませ、このダイヤモンド粒子もダイヤモンド成長の核とさせることにより、工具基板とダイ

ヤモンド膜との界面にすき間のない緻密なダイヤモンド膜を形成し、アンカー効果を最大限に発揮させようとするものである。

表面凹凸のくぼみ幅は 100 $\mu$ m 以下が好ましく、これよりも大きいと表面が荒くなりすぎて実用上問題である。さらに、押し付ける (衝突させる) ダイヤモンド粒子はそのサイズ (粒径) が 0.1 $\mu$ m ~ 100 $\mu$ m であるのが好ましく、0.1 $\mu$ m 以下のダイヤモンド粒子は製造および取扱いがむずかしく、また、傷つけ効果が小さい。100 $\mu$ m 以上では表面くぼみ内に入れ込むことがむずかしい。

#### 〔実施例〕

以下、添付図面を参照して、本発明の実施態様例および比較例によって本発明を詳細に説明する。

第 1 A 図 ~ 第 1 C 図は、本発明の第 1 実施態様に係る場合のダイヤモンド・コーティング工具の製造工程を説明する工具の概略部分断面図である。

#### 実施例 1

平均粒径 10 $\mu$ m のタングステン粒子を焼結して焼

結板を製作し、これから概寸 10 $\times$ 10 $\times$ 3 mm のバイトチップ (スローアウェイチップ) 1 として切り出した (第 1 A 図)。このチップ (工具基板) 1 はその空隙率が 35% であって、表面凹凸のくぼみ 2 があり、内部に気孔 3 が存在する。

次に、バイトチップ 1 を直流プラズマジェット CVD 装置内に装着し、ダイヤモンド膜 4 をバイトチップ 1 の上面および側面にコーティングした (第 1 B 図)。この直流プラズマジェット CVD 装置は、本発明者らが既に開発した装置であり、例えば、特開昭 64-33096 号公報にも開示されている。ダイヤモンド成膜条件は、例えば、次のとおりであった。

原料ガス：メタンガス 1.5  $\ell$ /min

水素ガス 50  $\ell$ /min

装置内圧力：50 Torr

アーク (プラズマ) 出力：5 kW

基板搭載台：水冷

厚さ 50 $\mu$ m のダイヤモンド膜 4 が、第 1 B 図に示すように、表面のくぼみ内にもダイヤモンドが堆積

して成長するので、くぼみ内にくさびを入れたようになりアンカー効果が現われる。

その後、バイトチップ 1 を真空中で熔融銅 (Cu) に浸して、ダイヤモンド膜 4 で被覆されていない表面から内部に含浸させ、気孔を銅 5 で満たした (第 1 C 図)。このようにして、ダイヤモンド・コーティング工具 (スローアウェイチップ) を作製した。

得られた工具についてそのダイヤモンド膜の密着強度を引き剥し方式で測定したところ、約 100 kg/cm<sup>2</sup> 以上になったところで測定治具がダイヤモンド膜表面からはがれてしまい、ダイヤモンド膜の密着強度を値として得ることができなかった。一方、タングステン粒子を焼結し粒子間隙に金属バインダを充填したようになっているタングステン焼結板に同様にダイヤモンド膜を被覆してダイヤモンド・コーティング工具を作製した。この場合でのダイヤモンド膜の密着強度は同様に測定して 1 kg/cm<sup>2</sup> 以下であった (膜が剥れた)。したがって、本発明の場合は従来よりも大幅に密着

力が向上していることがわかる。

次に、このダイヤモンド・コーティングバイトチップと従来の超硬チップおよび焼結ダイヤモンドチップを用いて金属切削試験を行った。切削条件は、被削材：Al-12%Si合金(AC8A-T6)、切削方法：外周長手連続旋削、切削速度 400 m/min、送り 0.1 mm/rev、切込み 0.25 mmである。その結果、超硬チップの場合、1000 mの切削で逃げ面磨耗幅が 200 μm 以上となったが、焼結ダイヤモンドチップと本発明のバイトチップは超硬の10倍の 10000 mの切削でも逃げ面磨耗幅は数10 μm であった。この結果から本発明のダイヤモンドチップは焼結ダイヤモンドチップと同等の特性であることがわかる。

### 実施例 2

平均粒径 5 μm のタングステン・カーバイト粒子を焼結して焼結板を製作し、実施例 1 と同様に、これから概寸 10×10×3 mm のバイトチップ 1 として切り出した。このチップはその空隙率が 30% であり、第 1 A 図のように、表面にくぼみがあり、

製造工程を説明する工具の概略部分断面図である。

### 実施例 3

平均粒径 5 μm のタングステン粒子を焼結して焼結板を製作し、これから概寸 10×10×2 mm のバイトチップ（スローアウェイチップ）11 として切り出した（第 2 A 図）。このチップ（工具基板）11 はその空隙率が 20% であって、表面凹凸のくぼみ 12 がある。

アルミナ製の器に平均粒径 3 μm のダイヤモンド粉末を入れ、その中にバイトチップ 11 を入れ、その上にアルミナ製の重しを乗せた後、超音波振動機にかけ、チップ表面に傷つけ処理するとともに、表面のくぼみ（凹部）12 にダイヤモンド粒子 13 が入り込むようにした（第 2 B 図）。

次に、バイトチップ 11 を直流プラズマジェット CVD 装置内に装着し、ダイヤモンド膜 14 をバイトチップ 1 の上面および側面にコーティングした（第 2 C 図）。この直流プラズマジェット CVD 装置は、本発明者らが既に開発した装置であり、例えば、特開昭 64-33096 号公報にも開示されて

内部に気孔が存在する。

次に、実施例 1 と同じに直流プラズマジェット CVD 法によってダイヤモンド膜でバイトチップの上面および側面を被覆した。

その後、バイトチップを銅粉末とともにホットプレス装置内に入れ、真空引き後、1070℃、50 気圧で銅をチップ気孔を充填するように含浸させた。

得られたダイヤモンド・コーティング工具について、そのダイヤモンド膜の密着強度を実施例 1 と同様にして測定したところ、約 100 kg/mm<sup>2</sup> 以上で測定治具がはがれ、正確な密着強度値は得られなかったが、従来よりも大幅に密着力は向上している。

次に、このダイヤモンド・コーティングバイトチップを実施例 1 と同じ条件で切削試験を行なったところ、焼結ダイヤモンドチップと同等の切削特性であった。

第 2 A 図～第 2 C 図は、本発明の第 2 実施態様に係る場合のダイヤモンド・コーティング工具の

いる。ダイヤモンド成膜条件は、例えば、次のとおりであった。

原料ガス：メタンガス 1.5 ℓ/min

水素ガス 50 ℓ/min

装置内圧力：50 Torr

アーク（プラズマ）出力：10 kW

基板搭載台：水冷

厚さ 100 μm のダイヤモンド膜 14 が、第 2 C 図に示すように、表面くぼみ内のダイヤモンド粒子 13 としてダイヤモンド粒子による微細な無数の傷が成長（堆積）核となって、ダイヤモンドの成長が進行して、チップ（基板）11 とダイヤモンド膜 14 との界面に隙間のない緻密なダイヤモンド膜が得られる。そして、表面のくぼみ内にもくさびを入れたようにダイヤモンド膜が形成されているので、アンカー効果が当然現われる。

得られた工具についてそのダイヤモンド膜の密着強度を引き剥し方式で測定したところ、約 100 kg/cm<sup>2</sup> 以上になったところで測定治具がダイヤモンド膜表面からはがれてしまい、ダイヤモンド膜

の密着強度を値として得ることができなかった。一方、ダイヤモンド粒子による傷付けおよび押し込み残留を施こさないバイトチップと同様にしてダイヤモンド膜を被覆してダイヤモンド・コーティング工具を作製した。この場合でのダイヤモンド膜の密着強度は同様に測定して $10\text{ kg/cm}^2$ 以下であった(膜が剥れた)。したがって、本発明の場合は従来よりも大幅に密着力が向上していることがわかる。

次に、このダイヤモンド・コーティングバイトチップと従来の超硬チップおよび焼結ダイヤモンドチップを用いて金属切削試験を行った。切削条件は、被削材: A2-12%Si合金(AC8A-T6)、切削方法: 外周長手連続旋削、切削速度  $400\text{ m/min}$ 、送り  $0.1\text{ mm/rev}$ 、切込み  $0.25\text{ mm}$ である。その結果、超硬チップの場合、 $1000\text{ m}$ の切削で逃げ面磨耗幅が  $200\text{ }\mu\text{m}$ 以上となったが、焼結ダイヤモンドチップと本発明のバイトチップは超硬の10倍の  $10000\text{ m}$ の切削でも逃げ面磨耗幅は数 $10\text{ }\mu\text{m}$ であった。この結果から本発明のダイヤモンドチッ

プは焼結ダイヤモンドチップと同等の特性であることがわかる。

#### 実施例 4

バイトチップとして、平均粒径 $10\text{ }\mu\text{m}$ のタングステンカーバイト(WC)に23%コバルト(Co)バイダーによるWC/Co超硬チップを利用し、硝酸でコバルトのみを深さ約 $5\text{ }\mu\text{m}$ エッチングした。この超硬チップの上にスパッタリングによってタングステン(W)膜を厚さ $0.1\text{ }\mu\text{m}$ で形成してコーティングした。このような処理を施したバイトチップ(基板)を、エタノール中に平均粒径 $1\text{ }\mu\text{m}$ のダイヤモンド粒子を分散させたダイヤモンド研磨液に入れ、超音波振動をかけ、基板表面に微細な無数の傷をつけ、同時に、表面のくぼみ(凹所)にダイヤモンド粒子を押し込んだ。

次に、実施例3と同じに直流プラズマジェットCVD法によってダイヤモンド膜でバイトチップの上面および側面を被覆した。

そして、この得られたダイヤモンド・コーティングバイトチップを実施例3と同じ条件で切削試

験を行なったところ、焼結ダイヤモンドチップと同等の切削特性であった。

#### 実施例 5

バイトチップ(工具基板)として $20\times 20\times 5\text{ mm}$ の窒化珪素焼結板を用い、その表面に圧膜法により平均粒径 $5\text{ }\mu\text{m}$ の窒化珪素粒子を厚さ $20\text{ }\mu\text{m}$ 印刷し、窒素雰囲気中 $1800^\circ\text{C}$ で焼成し、表面に凹凸を形成した。このような処理を施したバイトチップ(基板)に、平均粒径 $5\text{ }\mu\text{m}$ のダイヤモンド粒子を圧縮空気によってノズルから噴出させてぶつけ、基板表面に傷つけ処理するとともに、表面のくぼみ(凹部)にダイヤモンド粒子が入り込むようにした。そして、実施例3と同様の方法でダイヤモンド・コーティングを行なった。

得られたダイヤモンド・コーティング工具について、そのダイヤモンド膜の密着強度を実施例3と同様にして測定したところ、約 $100\text{ kg/mm}^2$ 以上で測定治具がはがれ、正確な密着強度値は得られなかった。一方、窒化珪素基板に直接にダイヤモンド膜を同様に被覆した場合には、膜の密

着強度は $1\text{ kg/cm}^2$ 以下であった。したがって、本発明の場合は従来よりも大幅に密着力が向上していることがわかる。

#### 〔発明の効果〕

上述したように、本発明によれば、気相合成法で被覆したダイヤモンド膜では $100\text{ kg/mm}^2$ 以上の密着強度が得られ、本方法を用いない場合に対し、大幅な密着力の改善が達成できる。さらに、本発明によりダイヤモンド被覆された工具は、従来の焼結ダイヤモンドを用いた工具と比べて格段に安い価格で、焼結ダイヤモンド工具と同等の特性が得られる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1A図～第1C図は、本発明の第1実施態様に係る場合のダイヤモンド・コーティング工具の製造工程を説明する工具の概略部分断面図であり、

第2A図～第2C図は、本発明の第2実施態様に係る場合のダイヤモンド・コーティング工具の製造工程を説明する工具の概略部分断面図である。

- 1・11…バ이트チップ（工具基板）、  
 2・12…くぼみ、 3…気孔、  
 4・14…ダイヤモンド膜、  
 5…銅、  
 13…ダイヤモンド粒子。

特許出願人

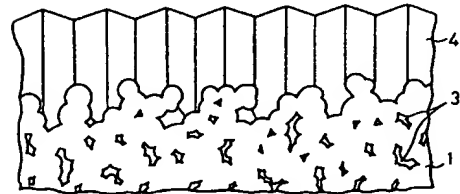
富士通株式会社

特許出願代理人

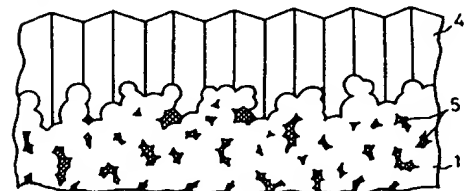
弁理士 青 木 朗  
 弁理士 西 舘 和 之  
 弁理士 石 田 敬  
 弁理士 山 口 昭 之  
 弁理士 西 山 雅 也



第 1A 図



第 1B 図



第 1C 図

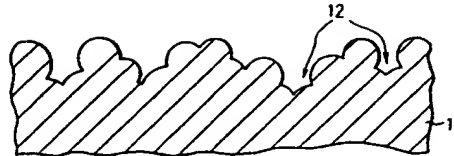
本発明の製造方法工程での工具の概略部分断面図

1…バ이트チップ（工具基板）

2…くぼみ

4…ダイヤモンド膜

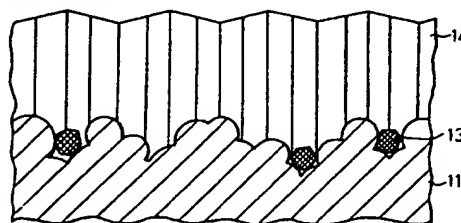
5…銅



第 2A 図



第 2B 図



第 2C 図

本発明の別の製造方法工程での工具の概略部分断面図

11…バ이트チップ

13…ダイヤモンド粒子

14…ダイヤモンド膜